
**Détermination de l'aire massique (surface
spécifique) des solides par adsorption de
gaz à l'aide de la méthode BET**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption
using the BET method)*

ISO 9277:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962-61e53c17fa2a/iso-9277-1995>



Sommaire

	Page
1	1
2	1
3	2
4	2
5	3
6	3
6.1	3
6.2	4
6.3	5
7	7
7.1	7
7.2	7
7.3	8
8	8
9	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9277:1995
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962-61e53c17fa2a/iso-9277-1995>

Annexes

A	10
B	11

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9277 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 24, *Tamis, tamisage et autres méthodes de séparation granulométrique*, sous-comité SC 4, *Granulométrie par procédés autres que tamisage*.
ISO 9277:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962->

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9277:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962-61e53c17fa2a/iso-9277-1995>

Détermination de l'aire massique (surface spécifique) des solides par adsorption de gaz à l'aide de la méthode BET

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit la détermination de l'aire massique totale¹⁾ externe et interne des solides poreux ou dispersés en mesurant selon la méthode de Brunauer, Emmett et Teller^[1] la quantité d'un gaz physiquement adsorbé. Elle tient compte des recommandations de l'IUPAC de 1984^[2].

La méthode BET n'est applicable qu'aux isothermes de type II (solides dispersés et non poreux ou macroporeux) et de type IV (solides mésoporeux dont les pores ont un diamètre de 2 nm à 50 nm) (voir figure 1). Les pores fermés (inaccessibles) ne sont pas détectés. La méthode BET ne peut pas s'appliquer avec fiabilité aux isothermes de type I ni aux solides qui absorbent le gaz de mesure.

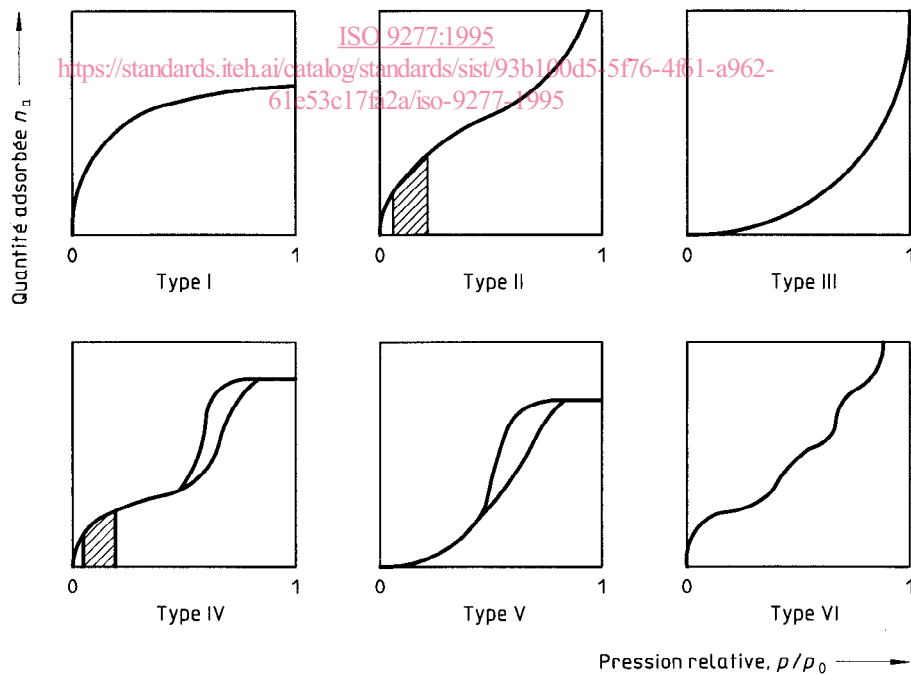


Figure 1 — Classification de l'IUPAC des isothermes d'adsorption (le domaine BET est indiqué dans les types II et IV par des hachures)

1) Pour les solides présentant une surface chimiquement hétérogène, par exemple les supports pour métaux catalytiques, la méthode BET donne la surface totale, tandis que la partie métallique active peut être mesurée par des méthodes de chimisorption.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 8213:1986, *Produits chimiques à usage industriel — Techniques de l'échantillonnage — Produits chimiques solides de petite granulométrie et agglomérats grossiers.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 adsorption: Dépôt d'une couche de gaz qui se condense à la surface externe et interne accessible d'un solide.

3.2 physisorption: Liaison faible de l'adsorbat, réversible par de petits changements de pression ou de température.

3.3 gaz d'adsorption: Gaz de mesure à adsorber.

3.4 adsorbant: Solide qui adsorbe le gaz de mesure.

3.5 adsorbat: Gaz condensé sur la surface de l'adsorbant.

3.6 aire massique: Aire de la surface externe d'un solide et de la surface interne de ses macro- et mesopores accessibles.

3.7 isotherme d'adsorption: Relation, à température constante, entre la quantité de gaz adsorbée et la pression d'équilibre du gaz d'adsorption.

4 Symboles et unités

Les symboles avec leurs unités SI, utilisés dans la présente Norme internationale, sont donnés dans le tableau 1. Les symboles de l'IUPAC [2] sont également donnés à titre comparatif. Toutes les dimensions spécifiques sont données par rapport à la masse de l'échantillon, en grammes.

ISO 9277:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962-61e53c17fa2a/iso-9277-1995>

Tableau 1 — Symboles

Symbole ISO	Paramètre	Unité SI	Symbole IUPAC
a_m	aire d'encombrement d'une molécule de gaz dans une monocouche complète	nm ²	a_m
a_s	aire massique (surface spécifique)	m ² ·g ⁻¹	a_s
C	constante BET	1 1)	C
L	nombre d'Avogadro (= 6,022 × 10 ²³)	mol ⁻¹	L
m	masse de l'échantillon solide	g	m
m_a	masse d'adsorbat spécifique	1 1)	m^a
n_a	quantité spécifique adsorbée	mol·g ⁻¹	n^a
n_m	capacité de couverture monomoléculaire: quantité d'adsorbat requise pour couvrir la surface unitaire avec une monocouche complète	mol·g ⁻¹	n_m, n_m^a
$n_{m,mp}$	monocouche unitaire dérivée d'une mesure multipoint	mol·g ⁻¹	—
$n_{m,sp}$	monocouche unitaire dérivée d'une mesure en un point	mol·g ⁻¹	—
p	pression du gaz d'adsorption en équilibre avec l'adsorbat	Pa	p
p_0	pression de vapeur saturante du gaz d'adsorption	Pa	p^0
p/p_0	pression relative du gaz d'adsorption	1 1)	p/p^0
R	constante molaire des gaz parfaits (= 8,314)	J·mol ⁻¹ ·K ⁻¹	R
t	temps	min	t

Symbole ISO	Paramètre	Unité SI	Symbole IUPAC
T	température absolue	K	T
V_a	volume unitaire adsorbé	$\text{mm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$	v^a

1) Conformément à l'ISO 31-0, dans un système d'unités cohérent, une grandeur de dimension un (actuellement indiquée comme «sans dimension») acquiert l'unité 1.

5 Principe

La méthode est basée sur la détermination de la quantité de gaz d'adsorption nécessaire pour couvrir la surface externe du solide et celle de ses pores internes accessibles (voir figure 2) par une monocouche complète d'adsorbat. Cette monocouche peut être calculée à partir de l'isotherme d'adsorption en utilisant l'équation BET (1) (voir 6.1). N'importe quel gaz peut être employé à condition qu'il soit adsorbé physiquement, c'est-à-dire retenu par des liaisons faibles à la surface du solide (forces de van der Waals) et qu'il puisse être désorbé par une diminution de la pression à la même température.

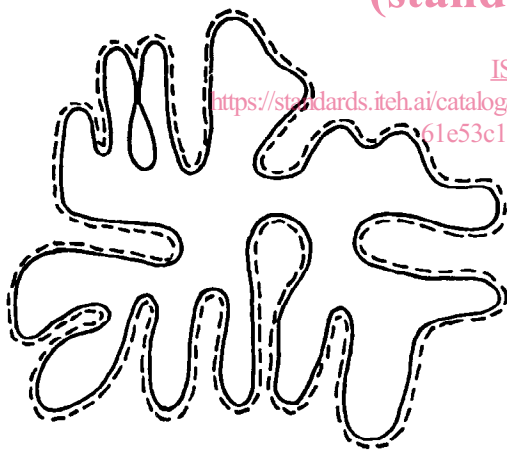


Figure 2 — Particule avec l'aire massique détectée par la méthode d'adsorption, donnée par la ligne discontinue

L'azote à son point d'ébullition (environ 77 K) est le gaz d'adsorption le plus couramment employé. Si la sensibilité de l'appareil utilisant l'azote est insuffisante pour les faibles aires massiques, d'autres gaz aux molécules plus lourdes ou de tension de vapeur saturante plus faible que l'azote, par exemple argon ou krypton, peuvent être employés. Les résultats des mesures avec différents gaz peuvent s'écarter les uns des autres en raison des différentes aires d'encombrement des molécules, des différences d'accessi-

bilité des pores et des différences de température de mesure.

Le gaz d'adsorption est admis dans l'enceinte contenant l'échantillon, laquelle est maintenue à température constante. Les quantités adsorbées sont mesurées à l'équilibre avec la pression de gaz, p , et la pression relative, p/p_0 , est également notée pour donner un isotherme d'adsorption. Les isothermes d'adsorption sont obtenus par des mesures volumétriques, gravimétriques, calorimétriques, spectroscopiques ou grâce à la méthode du gaz vecteur qui opère d'une façon continue ou discontinue.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon

L'échantillonnage doit être exécuté conformément à l'ISO 8213. Avant de faire la détermination d'un isotherme d'adsorption, enlever tous les produits adsorbés sur la surface de l'échantillon par un dégazage sans toutefois provoquer de transformations irréversibles sur cette surface. Vérifier la température maximale à laquelle l'échantillon peut être porté sans être affecté par thermogravimétrie (voir figure 3) ou par une série d'expériences préliminaires dans des conditions différentes de dégazage jouant sur les paramètres de temps et de température. Quand le vide est employé, le dégazage a une pression résiduelle d'environ 1 Pa à l'aide d'une pompe secondaire sans huile ou une pompe munie d'un piège refroidi est généralement suffisant. Le dégazage de l'échantillon peut également être effectué à haute température par balayage avec de l'hélium ou avec le gaz d'adsorption. Le dégazage est terminé lorsqu'une valeur stable est atteinte pour la pression résiduelle du gaz p , pour sa composition ou pour la masse de l'échantillon m .

Si on emploie le vide, le porte-échantillon chaud peut être isolé de la pompe et du piège (au moment t_a à la figure 4). Si la pression ne remonte pas d'une façon significative pendant 15 min à 30 min, le dégazage est complet. Cette façon de faire renseigne aussi sur l'absence de fuites. L'aire massique sera rapportée à la masse de l'échantillon dégazé (désorbé) laquelle

peut être déterminée avant ou après la détermination de l'isotherme.

Après le dégazage, le porte-échantillon est refroidi à la température de mesure. Il convient de noter qu'aux faibles pressions la mise en équilibre de la température de l'échantillon nécessite un certain temps pour s'établir; ceci est dû à un contact thermique insuffisant avec le bain réfrigérant.

6.2 Conditions opératoires requises

La précision des mesures dépend du contrôle des conditions suivantes.

- La température du gaz d'adsorption doit être contrôlée pendant la procédure.
- Le gaz d'adsorption et l'hélium employé pour étalonner les volumes ou comme gaz vecteur doivent avoir une pureté d'au moins 99,99 %. Si

nécessaire, les gaz doivent être séchés et nettoyés, par exemple le trappage des traces d'oxygène dans l'azote.

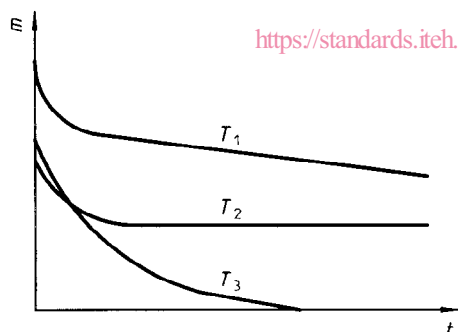
- La tension de vapeur saturante p_0 du gaz d'adsorption à la température de mesure doit être déterminée, soit directement à l'aide d'un thermomètre à tension de vapeur saturante d'azote, soit en pilotant et en mesurant la température du bain thermostatique.
- La précision des résultats dépend du soin de l'échantillonnage et de la préparation de l'échantillon.

En mesure statique discontinue, au moins quatre points à des pressions relatives correspondant à la validité de l'équation BET (généralement entre 0,05 et 0,3) doivent être mesurés en équilibre. Pour les mesures en continu, il est nécessaire de contrôler l'écart de l'équilibre soit par des interruptions de temps à autre du flux gazeux, soit par le contrôle des mesures en employant la méthode discontinue.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9277:1995

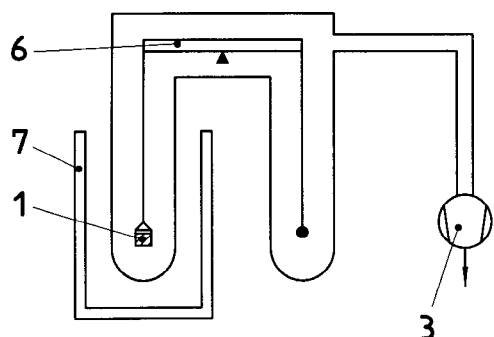
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962-61e53c17fa2a/iso-9277-1995>



Courbe T_1 : température trop basse: long temps de dégazage

Courbe T_2 : température optimale

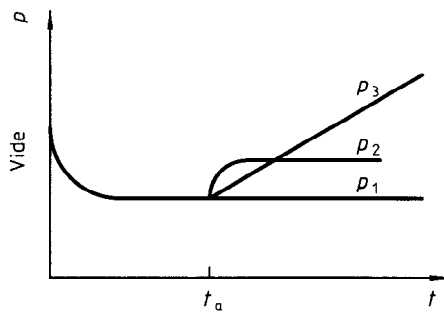
Courbe T_3 : température trop élevée: évolution de gaz à cause de décomposition de l'échantillon



Légende

- Échantillon
- Appareil de vide
- Balance
- Four

Figure 3 — Contrôle thermogravimétrique du dégazage

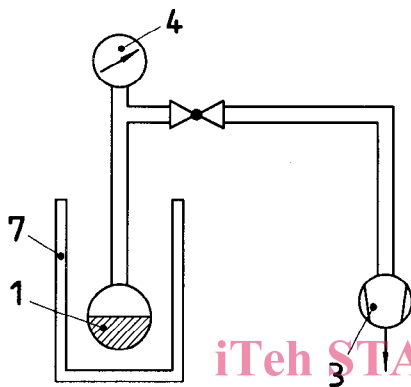


Courbe p_1 : dégazage terminé, appareil hermétique

Courbe p_2 : dégazage non terminé

Courbe p_3 : fuite

t_a : temps de fermeture du tuyau d'aspiration



Légende

- 1 Échantillon
- 3 Appareil de vide
- 4 Manomètre
- 7 Four

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure 4 — Contrôle de pression du dégazage

ISO 9277:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93b100d5-5f76-4f61-a962-61e53c17fa2a/iso-9277-1995>

6.3 Méthodes de mesure

6.3.1 Méthode volumétrique

Pour déterminer l'isotherme par la méthode volumétrique avec des mesures discontinues, des quantités connues de gaz d'adsorption sont introduites dans le porte-échantillon les unes après les autres (voir figure 5). À chaque étape, l'adsorption du gaz par l'échantillon se produit et la pression dans le volume isolé chute jusqu'à ce que l'adsorbat et le gaz restant soient en équilibre. Si on utilise une pompe volumétrique, le volume adsorbé peut être compensé par l'introduction de quantités étalonnées pas à pas de façon que la pression reste constante. La quantité de gaz adsorbée est la différence entre la quantité de gaz introduite et celle demeurant dans le volume mort (espace libre dans le réceptacle d'échantillon avec des connexions), et elle est déterminée par l'application de l'équation générale des gaz. Les différents volumes de l'appareil et leurs températures doivent être pris en compte.

Le volume mort doit être déterminé avant ou après l'établissement de l'isotherme d'adsorption. L'étalonnage est fait en utilisant de l'hélium à la température de l'adsorption. Il convient de noter que certains matériaux peuvent absorber de l'hélium. Dans ce cas, des corrections doivent être effectuées après la détermination de l'isotherme de l'hélium. Durant les mesures de l'isotherme et la détermination du volume mort, il est recommandé de maintenir le niveau de liquide dans le bain de refroidissement, sauf s'il est compensé autrement, à au moins 50 mm au-dessus de l'échantillon et constant à 1 mm près. La détermination du volume mort peut être faite à partir de mesures des différences, par exemple à l'aide de tuyaux d'échantillon et de référence assemblés par un transducteur différentiel.

Dans la méthode volumétrique continue, la quantité de gaz d'adsorption admise peut être calculée à partir de la différence de pression et de la durée du flux gazeux à travers un capillaire ou un sas de mesure.